

## Potensi Nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@C dari Bijih Besi Sebagai Pendeteksi Kadar Glukosa

Sadang Husain<sup>a,\*</sup>, Suryajaya<sup>a</sup>, Ninis Hadi Haryanti<sup>a</sup>, Tetti Novalina Manik<sup>a</sup>, Sudarningsih<sup>a</sup>, Rodiansono<sup>b</sup>,  
Sepfina Monica Hutasoit<sup>a</sup>, Agus Riyanto<sup>c</sup>

<sup>a</sup>Program Studi Fisika Universitas Lambung Mangkurat, Jl. A. Yani KM. 36 Banjarbaru, Kalimantan Selatan

<sup>b</sup>Program Studi Kimia, Universitas Lambung Mangkurat, Jl. A. Yani KM. 36 Banjarbaru, Kalimantan Selatan

<sup>c</sup>Program Studi Fisika, Universitas Lampung, Jl. Prof. Dr. Sumantri Brojonegoro No. 1, Bandar Lampung

\*Email : [sadanghusain@ulm.ac.id](mailto:sadanghusain@ulm.ac.id)

(Diterima 23 April 2019; Disetujui 23 Oktober 2019; Dipublikasikan 30 November 2019)

### Abstrak

Sintesis nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@C dari bijih besi Tanah Laut dan sumber karbon dari gula pasir telah dilakukan dengan menggunakan metode kopresipitasi dan metode hidrotermal. Penelitian dilakukan untuk mengetahui karakteristik Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@C berbahan bijih besi. Sebanyak 6 g bijih besi digunakan sebagai bahan baku pembuatan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O digunakan sebagai sumber ion Fe<sup>2+</sup>. Sampel diaduk dengan menggunakan temperatur 70°C dengan kecepatan adukan 450 rpm. Karbon (C) disintesis menggunakan metode hidrotermal pada temperatur 300°C dengan menambahkan etilenglikol sebagai surfaktan. Sampel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan C digabung pada suhu 250°C selama 30 menit dengan kecepatan 500 rpm. Sampel Nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@C dikarakterisasi menggunakan Vibrating Sample Magnetometer, Fourier Transform Infrared, Transmission Electron Microscopy, serta elektrokimia. Dari penelitian, diperoleh nilai magnetisasi saturasi sebesar 24,82 emu/g, jenis ikatan yang terdapat dalam nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@C adalah ikatan Fe-O, C=O, C=N dan O-H, distribusi ukuran partikel dalam rentang 5 nm – 20 nm, dengan rata-rata ukuran partikel 12 nm, serta nilai sensitivitas 0,285 mA/ppm.

Kata kunci: bijih besi, karbon, nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@C

### 1. Latar Belakang

Pada beberapa dekade terakhir, penelitian tentang nanopartikel semakin berkembang. Ini disebabkan karena keunikan sifat fisika dan kimia material nanopartikel dibanding material *bulk*. Salah satu material nanopartikel yang banyak mendapatkan perhatian para peneliti adalah material nanopartikel magnetik. Nanopartikel magnetik pada umumnya berbasis bahan ferrit seperti magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) atau hematit (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) [1–6].

Penelitian nanopartikel magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) telah banyak dilakukan. Beberapa diantaranya mempelajari sintesis nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan menggunakan pasir besi [7–10] dan bijih besi [11,12]. Nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> memiliki pengaplikasian yang luas karena sifat kemagnetannya yang tinggi sehingga dapat digunakan sebagai adsorben logam berat [13,14]. Nanopartikel magnetit juga memiliki sifat *low toxicity* [15], ramah lingkungan [16], dan biokompatibel sehingga dapat diaplikasikan sebagai *drug delivery* [15,17]. Selain memiliki banyak kelebihan, nanopartikel magnetit juga memiliki beberapa kekurangan yaitu mudah mengendap sehingga mengurangi efisiensi dan stabilitas dalam pembuluh darah [18], nanopartikel magnetit tanpa

modifikasi juga mudah ter-aglomerasi (menggumpal) [7] dan tidak stabil terhadap asam dan basa [19]. Maka dari itu, untuk memperbaiki sifat stabilitas, mengurangi aglomerasi, serta mengoptimalkan sifat adsorbsinya, modifikasi perlu dilakukan pada nanopartikel magnetit [20]. Satu diantara modifikasi yang bisa dilakukan adalah dengan mengubah nanopartikel magnetit menjadi komposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@C.

Penelitian tentang Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@C telah dilakukan oleh beberapa peneliti. Liu, *et al.*, (2019) menyintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@C menggunakan bahan FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O sebagai prekursor Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan glukosa sebagai sumber karbon [21]. Penelitian yang sejenis juga telah dilakukan oleh Wu, *et al.*, (2014) [2]. Ariyani (2011) menggunakan bahan FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O dan FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O sebagai prekursor Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan menggunakan karbon aktif sebagai sumber karbon [22]. Penelitian yang dilakukan oleh Shi, *et al.*, (2015) menggunakan bahan FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O, natrium asetat, dan polyvinylpyrrolidone-K30 (PVP-K30) untuk sintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan menggunakan glukosa sebagai sumber karbon [23]. Penelitian tentang sintesis dan karakterisasi nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dila-pisi karbon dari glukosa telah dilakukan oleh Trisnawati, *et al.*,

dengan metode hidrotermal untuk mendapatkan ukuran partikel 10,055 nm [19]. Hasil uji TEM menunjukkan bahwa karbon dapat melindungi nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sehingga meminimalisir terjadinya aglomerasi [19,21]. Nanokomposit magnetit karbon ini dapat meningkatkan kinerja adsorpsi sehingga sangat berpotensi menjadi adsorben magnetik untuk pengolahan air limbah [15], adsorben pewarna organik [20], adsorben pewarna tekstil serta memperbaiki sifat stabilitas kimia sehingga tidak mudah teroksidasi [19,24]. Nanopartikel magnetit yang dimodifikasi dengan karbon juga diketahui memiliki sifat adsorpsi-desorpsi yang baik sehingga bisa diaplikasikan sebagai *drug delivery* [18,25].

Pada penelitian ini, dilakukan dilakukan sintesis nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{C}$  dari bahan bijih besi alam Kabupaten Tanah Laut Kalimantan Selatan dan studi potensinya sebagai pendeteksi kadar glukosa. Penelitian menggunakan bijih besi sebagai nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{C}$  belum ditemukan pernah dilakukan sebelumnya. Beberapa peneliti menggunakan pasir besi yang kandungannya berbeda dengan bijih besi. Karbon digunakan untuk membungkus  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sehingga mencegah terjadinya aglomerasi sekaligus mencegah terjadinya oksidasi pada  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Metode yang digunakan dalam pembuatan nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yaitu metode kopresipitasi [26–30] dan metode hidrotermal pada sintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{C}$  [19,31,32]. Karbon yang diambil berasal dari glukosa yang disintesis dengan etilen glikol (EG). Metode hidrotermal untuk sintesis nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{C}$  dilakukan pada suhu 250°C. Karakterisasi material dalam penelitian ini dilakukan dengan spektrofotometer Fourier Transform Infrared (FTIR), Vibrating Sample Magnetometer (VSM), Transmission Electron Microscopy (TEM), dan elektrokimia. Manfaat yang dapat diperoleh dari penelitian ini adalah membuka kemungkinan aplikasi material nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{C}$  sebagai material biosensor deteksi glukosa.

## 2. Metodologi

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah *magnetic stirrer bar*, *hotplate*, ayakan/saringan 230 mesh, *furnace*, gelas beker, gelas ukur, cawan, magnet permanen, pipet tetes, botol sampel, laser, ultrasonikator, oven, alat keselamatan sarung tangan, dan masker. Untuk karakterisasi sampel,

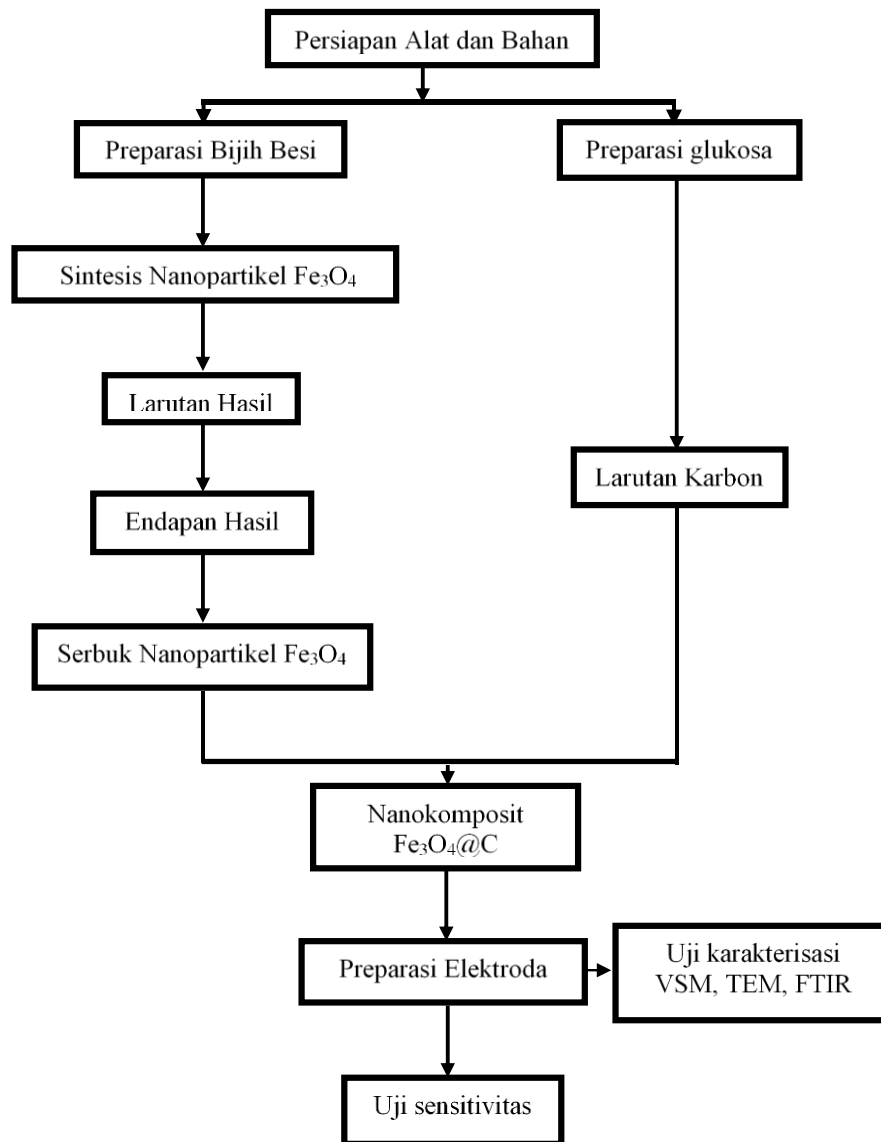
digunakan alat FTIR, VSM 250 yang memiliki rentang H dari 100 Oe – 21 kOe, TEM, dan Potensiostat/ galvanostat eDAQ. Bahan-bahan yang digunakan antara lain; bijih besi, HCl 37%,  $\text{FeSO}_4$ ,  $\text{NH}_4\text{OH}$  5%, gula pasir, EG, alkohol, aquades, aquabides, etanol, larutan bufer fosfat, chitosan, *Glucose Oxidase* (GO), aluminium foil, dan plastik buah.

Serbuk besi dari bijih besi yang sebagian besar mengandung hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) [33] dipisahkan dengan pengotor menggunakan magnet permanen. Kemudian, dilakukan pengayakan menggunakan saringan 230 mesh untuk menyeragamkan ukuran serbuk. Sintesis nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dilakukan dengan metode kopresipitasi [19,30]. Sebanyak 6 g bijih besi dilarutkan dalam HCl 37% (aldrich 37%) 20 ml diaduk pada *hotplate* dengan kecepatan pengadukan 450 rpm dan suhu 70°C selama 30 menit. Proses pemanasan diikuti dengan pengadukan dengan menggunakan *magnetic stirrer bar* dengan kecepatan 450 rpm. Kemudian, larutan yang dihasilkan disaring dengan kertas saring untuk memisahkan larutan garam besi  $\text{Fe}^{3+}$  dengan endapan besi yang tidak ikut terlarut.

Larutan garam besi  $\text{Fe}^{3+}$  dari  $\text{FeCl}_3$  sebanyak 10 ml ditambahkan dengan 0,8 g  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  (Aldrich, 99%) sebagai sumber ion  $\text{Fe}^{2+}$  dan ditetesi larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  (Aldrich 25%) 5% secara perlahan. Selanjutnya, campuran ini di-*stirrer* selama 30 menit dengan suhu 70°C pada kecepatan 450 rpm hingga larutan berwarna hitam pekat yang menandakan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  telah terbentuk. Kemudian, larutan hasil diultrasonifikasi untuk menyeragamkan ukuran partikel selama 15 menit. Selanjutnya, larutan dicuci dengan aquabides dan alkohol (sebanyak 3 kali) dan diambil endapannya dengan magnet. Endapan tersebut dipanaskan dengan suhu 100°C sampai mengering dan berbentuk serbuk.°C.

Sintesis karbon dilakukan menggunakan gula pasir sebagai sumber karbon dan EG dengan metode hidrotermal [34]. EG berfungsi sebagai surfaktan yang akan melindungi karbon ketika dikompositkan dengan nanopartikel magnetit [20] serta membatasi pertumbuhan nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  [35] sehingga meminimalisir terjadinya aglomerasi antar nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Sebanyak 0,1 g gula pasir ditambahkan dengan EG 5 ml dan dipanaskan dengan suhu 300°C selama 30 menit [36].

Proses penggabungan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan karbon dilakukan dengan metode hidrotermal. 0,1 g  $\text{Fe}_3\text{O}_4$



**Gambar 1.** Diagram alur penelitian

ditambahkan dengan larutan karbon 5 ml. Campuran tersebut dipanaskan dengan suhu 250°C selama 30 menit.

Proses pengujian dengan VSM Dexing Magnet Ltd bertipe VSM250 dan FTIR Thermoscientific Nicolet iS-10 dilakukan di Fisika LIPI PUSPITEK, Serpong sedangkan pengujian dengan TEM Tecnai G2 Spirit Twin High Resolution Transmission Electron Microscopy with EDX/EDS System dilakukan di laboratorium uji Universitas Indonesia.

VSM merupakan alat karakterisasi yang dapat menentukan sifat magnetik suatu material. Uji ini bertujuan untuk melihat sifat kemagnetan yang dihasilkan dari nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$ . Alat karakterisasi ini memberikan informasi dalam bentuk kurva histeresis dengan tiga besaran penting. Besaran pertama

adalah magnetisasi saturasi ( $M_s$ ) yang merupakan ukuran kemampuan suatu partikel nano untuk mempertahankan kesearahan domain-domain magnetiknya ketika masih dikenai medan magnet luar. Semakin besar nilai  $M_s$  maka semakin kuat sifat kemagnetannya. Besaran kedua adalah magnetisasi remanensi ( $M_r$ ) yang merupakan besarnya medan magnet yang tersisa dalam bahan setelah medan magnet luar dihilangkan. Besaran terakhir adalah medan koersivitas ( $H_c$ ). Besaran ini didefinisikan sebagai medan magnet yang dibutuhkan untuk membuat magnetisasi suatu bahan bernilai nol [37].

Pengujian FTIR bertujuan untuk menganalisis gugus fungsi yang ditentukan dari spektrum yang dihasilkan dari nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$ . Spektrum yang dihasilkan berupa grafik yang akan

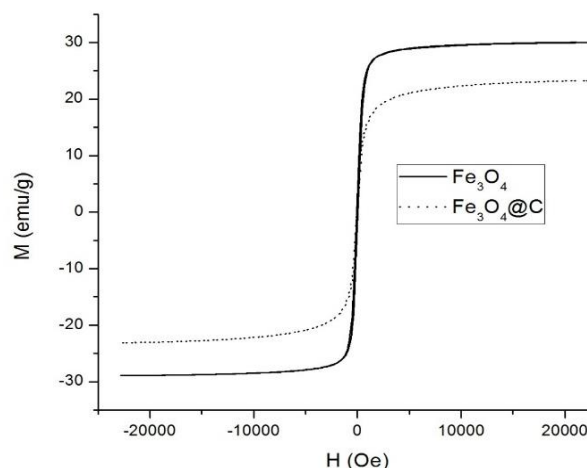
menunjukkan persentase transmitan yang bervariasi dalam setiap frekuensi radiasi inframerah. Pengukuran spektrum inframerah dilakukan pada bilangan gelombang 4000-200  $\text{cm}^{-1}$  [38]

Pengujian TEM pada nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$  bertujuan untuk melihat distribusi ukuran partikel pada  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$  serta morfologi bentuknya. Hasil karakterisasi TEM berupa gambar morfologi partikel-partikel yang diperbesar pada ukuran tertentu.

Untuk melihat kinerja dari magnetit sebagai biosensor, dilakukan uji dengan menggunakan Potensiostat voltametri siklik secara elektrokimia. Elektroda kerja grafit sebagai elektroda sampel yang di uji, dipreparasi dengan menggunakan nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$  hasil sintesis, dengan cara melapiskan pada permukaan elektroda kerja. Kemudian, dilakukan pengikatan dengan biomolekul yaitu enzim Glukosa Oksidase (GOD) sebagai material aktif dari elektroda biosensor [39]

Terdapat tiga elektroda yang digunakan dalam sistem, pertama adalah platina (pt) yang digunakan sebagai elektroda pembantu atau counter elektrode, kedua Ag/AgCl yang digunakan sebagai elektroda referensi atau *Auxiliary elektrode*, dan ketiga Elektroda kerja yang merupakan elektroda yang digunakan sebagai elektroda yang terukur dari sampel. Elektroda kerja/elektroda sampel yang digunakan adalah elektroda grafit dari baterai A3. Kemudian elektroda kerja dari baterai tersebut diberi lapisan nanopartikel magnetit. Hasil dari voltamogram siklik dari perbandingan elektroda kerja/elektroda sampel dengan sebelum diberi lapisan nanopartikel magnetit dan sesudah diberi lapisan nanopartikel magnetit dalam larutan bufer fosfat pH 7 dengan *scan rate* yang sama dan elektroda pembantu dan referensi yang sama.

Elektroda kerja diukur secara elektrokimia menggunakan alat karakterisasi potensiostat yang dilakukan di Laboratorium Bersama, FMIPA Institut Pertanian Bogor. Tujuan pengukuran adalah untuk melihat sensitifitas dari elektroda kerja terhadap variasi larutan glukosa 0,2 – 0,8 ppm. Elektroda Pt dan Ag/AgCl digunakan sebagai elektroda pembantu dan pembanding [39]. Secara



**Gambar 2.** Kurva histeresis nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$

ringkas, alur penelitian yang dilakukan ditunjukkan pada Gambar 1.

### 3. Hasil dan Pembahasan

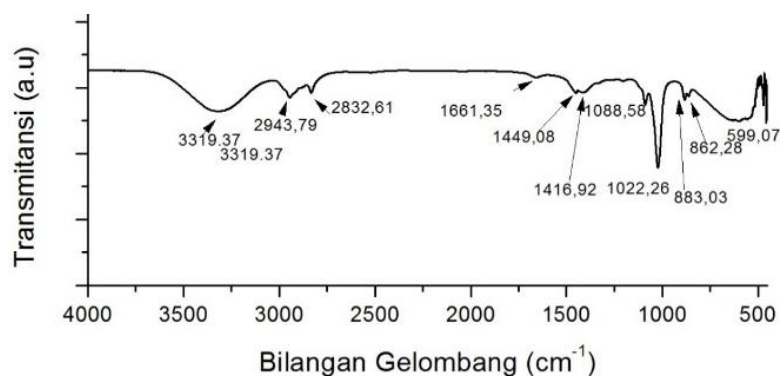
#### 3.A. Karakterisasi Vibrating Sample Magnetometer (VSM)

Alat VSM digunakan untuk menganalisis sifat kemagnetan nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$  dalam bentuk kurva histeresis. Kurva histeresis menunjukkan hubungan antara magnetisasi ( $M$ ) yang terjadi pada bahan dengan medan magnet yang menimbulkannya ( $H$ ) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.

Berdasarkan luasan kurva histeresis pada Gambar 2, nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$  mempunyai luasan kurva yang sempit yang masing-masing bernilai 4,9 Koe.emu/g dan 4,0 Koe.emu/g seperti yang ada pada Tabel 1. Kurva histeresis keduanya membentuk urut balik yang simetris ketika dikenai medan serta untuk magnetisasi memerlukan energi yang sangat kecil dengan nilai medan koersivitas  $H_c$  yang diperoleh sebesar 59,37 Oe dan 54,41 Oe. Hal ini menunjukkan bahwa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$  memiliki sifat soft magnetic [19][40]. Dari data medan koersivitas pada Tabel 1 ditunjukkan bahwa nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$  bersifat superparamagnet karena nilainya mendekati 0 [40] serta bentuk kurva histeresis yang dihasilkan zero-axial S-type

**Tabel 1.** Hasil Karakterisasi VSM

Material	$M_r$ (emu/g)	$M_s$ (emu/g)	$H_c$ (Oe)	Rasio ( $M_r/M_s$ )	$H_{max}$ (kOe)	Loop Area (kOe.emu/g)
$\text{Fe}_3\text{O}_4$	2,68	30,43	59,34	0,09	22,83	4,9
$\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$	1,75	24,82	54,41	0,07	22,88	4,0



**Gambar 3.** Spektrum FTIR nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$

[16]. Dari luasan loop kurva  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$  yang diperoleh sebesar 4,9 dan 4,0 kOe.emu/g, dapat disimpulkan bahwa material yang diukur bersifat superparamagnetik karena memiliki luas yang tidak terlihat [19].

Nilai magnetisasi saturasi ( $M_s$ ) nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$  yang dihasilkan sebesar 30,43 emu/g dan 24,82 emu/g. Magnetisasi saturasi ( $M_s$ ) merupakan saat dimana magnetisasi sampel tidak lagi mengalami kenaikan/telah berada pada kondisi maksimum ketika medan magnet dari luar terus diberikan. Dari nilai magnetisasi saturasi, dapat disimpulkan bahwa nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  memiliki sifat magnet yang lebih kuat dibanding  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$  karena. Hal ini dapat dilihat dari nilai  $M_s$  pada nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang lebih besar yang menunjukkan sifat kemagnetan yang semakin kuat [1]. Hal ini disebabkan karena karbon yang tidak memiliki sifat magnet atau bersifat diamagnet [41] maka, apabila dikompositkan karbon akan menurunkan sifat kemagnetan nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  [25,42].

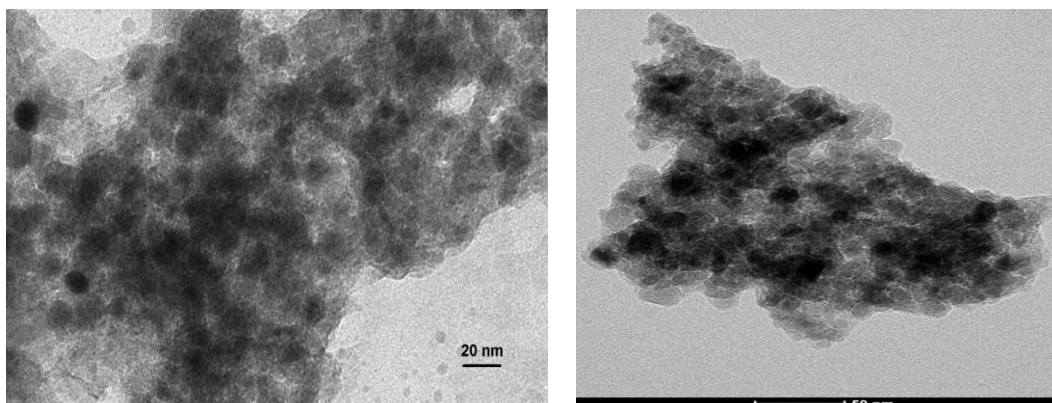
### 3.B. Karakterisasi Fourier Transform Infrared (FTIR)

Uji FTIR digunakan untuk menganalisis gugus fungsi. Hasil analisis gugus fungsi pada nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$  ditunjukkan pada Gambar 3. Spektrum FTIR menggunakan bilangan gelombang  $500 \text{ cm}^{-1}$  –  $4000 \text{ cm}^{-1}$ . Kehadiran  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  diindikasikan oleh adanya serapan pada bilangan gelombang  $599,07 \text{ cm}^{-1}$ . Hal ini diketahui dari ikatan Fe-O yang terbentuk pada bilangan gelombang  $474\text{-}636 \text{ cm}^{-1}$  [43,44]. Serapan pada bilangan gelombang  $1416,92 \text{ cm}^{-1}$  dan  $1449,08 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya ikatan C=N pada nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$  [16,38]. Ikatan C=O juga terbentuk dari serapan yang terdapat

pada bilangan gelombang  $1661,35 \text{ cm}^{-1}$  [16,20,38]. Serapan pada bilangan gelombang  $2832,61 \text{ cm}^{-1}$  dan  $2943,79 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan ikatan C-H yang terbentuk pada nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$  [16,38]. Ikatan O-H juga terindikasi pada serapan bilangan gelombang  $3319,37 \text{ cm}^{-1}$  [16,20,38]. Terbentuknya ikatan C=N diduga berasal dari bijih besi yang digunakan sehingga muncul ikatan karbon dan nitrogen. Beberapa penelitian yang menggunakan bahan alam juga menunjukkan ikatan yang serupa [16,38].

### 3.C. Karakterisasi Transmission Electron Microscopy (TEM)

Pengujian TEM dilakukan untuk mendapatkan ukuran suatu partikel serta melihat morfologinya. Hasil TEM pada Gambar 4 (kiri) merupakan hasil karakterisasi TEM nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan morfologi yang menunjukkan adanya bulatan-bulatan hitam nano-partikel magnetit yang mengalami penggumpalan (aglomerasi) yang kuat sehingga bulatan-bulatan tersebut merekat jadi satu sehingga tampak rata [45]. Hasil karakterisasi TEM nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$  pada Gambar 3 (kanan) menunjukkan bahwa sebagian bulatan-bulatan hitam yang merupakan nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  terbungkus oleh selaput bening yaitu karbon yang berasal dari glukosa ( $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$ ) [19]. Nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$  mengalami penggumpalan, walaupun tidak sebanyak jika dibandingkan dengan nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Hal ini disebabkan karena karbon menghalangi pergerakan dari nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sehingga meminimalisir terjadinya aglomerasi. Distribusi ukuran nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$  berada pada rentang  $5 \text{ nm}$  –  $20 \text{ nm}$ , dengan rata-rata ukuran partikel yang didapat  $12 \text{ nm}$ . Nilai ini hampir mendekati dengan penelitian yang telah dilakukan Trisnawati, *et al.*, dengan ukuran rata-rata  $10 \text{ nm}$  [19].

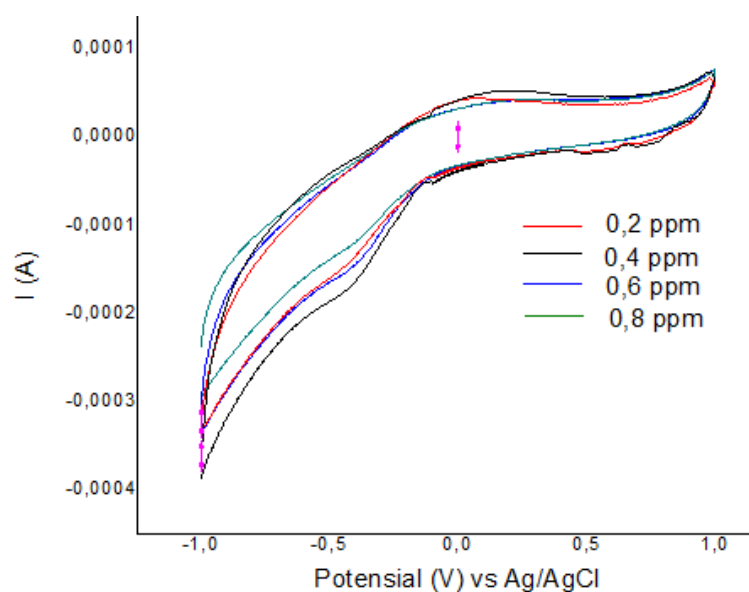


**Gambar 4.** Morfologi nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (kiri) [45] dan nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$  (kanan) menggunakan TEM

### 3.D. Karakterisasi Elektrokimia

Gambar 5 menunjukkan kinerja elektroda  $\text{GOD}/\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}/\text{grafit}$  terhadap pengaruh konsentrasi larutan glukosa dengan variasi 0,2 ppm – 0,8 ppm, secara elektrokimia *scan rate* voltametri siklik 100 mV/s. Dari Gambar 5, dapat dilihat bahwa terdapat puncak yang menandakan terjadinya reaksi oksidasi glukosa oleh enzim GOD. Voltagram siklik yang terbentuk menunjukkan respon dari immobilisasi GOD akibat dari variasi konsentrasi glukosa. Ketika terjadi reaksi oksidasi, akan terjadi perubahan arus oksidasi. Puncak anodik ( $I_{pa}$ ) semakin membesar seiring dengan kenaikan konsentrasi glukosa, sedangkan puncak katodik ( $I_{pc}$ ) semakin mengarah ke negatif dari puncak oksidasi yang dihasilkan. Nilai arus oksidasi yang dihasilkan pada setiap konsentrasi larutan glukosa yang dapat dilihat pada Tabel 2 dan dari nilai arus oksidasi tersebut dapat diketahui nilai sensitivitas

dari elektroda. Puncak anodik pada konsentrasi glukosa 0,2 ppm – 0,8 ppm bernilai 0,605-0,769 mA. Sensitivitas merupakan rasio selisih dari nilai arus oksidasi glukosa tertinggi dan terendah terhadap selisih dari konsentrasi glukosa tertinggi dan terendah. Adapun nilai sensitivitas yang dihasilkan dari kinerja elektroda ini sebesar 0,285 mA/ppm. Hal ini berarti tiap kenaikan 1 ppm substrat glukosa menghasilkan nilai arus sebesar 0,285 mA. Kemampuan mendeteksi perubahan konsentrasi glukosa cukup baik jika dilihat dari nilai arus yang dihasilkan tiap ppm konsentrasi glukosa. Kemampuan mendeteksi perubahan konsentrasi glukosa menandakan bahwa kinerja material nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$  untuk deteksi kandungan glukosa cukup baik. Material nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$  berpotensi untuk dikembangkan sebagai material aktif deteksi kadar glukosa.



**Gambar 5.** Voltametri siklik dengan variasi larutan glukosa



**Tabel 2.** Hubungan konsentrasi glukosa dengan puncak arus yang dihasilkan

Elektroda Biosensor	Perlakuan Konsentrasi Glukosa (ppm)	Puncak Arus yang dihasilkan (mA)
I	0,2	0,605
II	0,4	0,656
III	0,6	0,776
IV	0,8	0,769

#### 4. Kesimpulan

Dalam artikel ini telah dilaporkan hasil studi sintesis dan potensi nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$  sebagai material pendeteksi glukosa. Dengan menggunakan bahan dari bijih besi, telah dilakukan sintesis nanokomposit menggunakan metode kopresipitasi. Sifat magnetik nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$  yang dihasilkan memiliki nilai magnetisasi saturasi ( $M_s$ ) sebesar 24,82 emu/g. Nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$  yang dihasilkan bersifat superparamagnet dan tergolong *soft magnetic*. Pada gugus fungsi nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$  dalam spektrum FTIR yang dihasilkan terdapat ikatan Fe-O yang merupakan vibrasi ikatan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , serta ikatan C=O, C=N dan O-H, yang mengindikasikan adanya karbon. Nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$  memiliki distribusi ukuran partikel dalam rentang 5 nm – 20 nm, dengan rata-rata ukuran partikel 12 nm. Nilai sensitivitas elektroda GOD/ $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$ /grafit sebesar 0,285 mA/ppm. Material nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$  berpotensi untuk dikembangkan sebagai material aktif deteksi kadar glukosa.

#### 5. Ucapan Terima Kasih

Terima kasih kepada Universitas Lambung Mangkurat yang telah mendanai penelitian ini melalui dana penelitian PNPB. Terima kasih juga kepada lab kimia FMIPA Institut Pertanian Bogor yang telah memberikan bantuan untuk pengujian sampeltempat untuk melaksanakan penelitian ini.

#### Daftar Pustaka

- [1] Pauzan, M., Kato, T., Iwata, S., and Suharyadi, E., Pengaruh Ukuran Butir dan Struktur Kristal terhadap Sifat Kemagnetan pada Nanopartikel Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), Prosidinga Pertemuan Ilmiah XXVII HFI, pp.24–28, 2013.
- [2] Wu, R., Liu, J., Zhao, L., Zhang, X., Xie, J., Yu, B., Ma, X., Yang, S., Wang, H., and Liu, Y., Hydrothermal preparation of magnetic  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$  nanoparticles for dye adsorption, Biochemical Pharmacology, **2**(2), pp.907–913, 2014.
- [3] Loh, K., Lee, Y. H., Musa, A., Salmah, A. A., and Zamri, I., Use of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  Nanoparticles for Enhancement of Biosensor Response to the Herbicide 2,4 - Dichlorophenoxyacetic Acid pp.5775–5791, 2008.
- [4] Zhang, D., Tong, Z., Li, S., Zhang, X., and Ying, A., Fabrication and characterization of hollow  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanospheres in a microemulsion, **62**, pp.4053–4055, 2008.
- [5] Blaney, L., Magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ): Properties, Synthesis, and Applications, **15**, 2007.
- [6] Martínez-mera, I., Espinosa-pesqueira, M. E., Pérez-hernández, R., and Arenas-alatorre, J., Synthesis of magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) nanoparticles without surfactants at room temperature, **61**, pp.4447–4451, 2007.
- [7] Sholihah, L.K. Sintesis dan karakterisasi partikel nano  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang berasal dari pasir besi dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  bahan komersial (aldrich). Institut Teknologi Sepuluh November, pp.2–15. (2010).
- [8] Rahmawati, R., Taufiq, A., Sunaryono, S., Fuad, A., Yuliarto, B., Suytman, S., and Kurniadi, D., Synthesis of Magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) Nanoparticles from Iron sands by Co - precipitation - Ultrasonic Irradiation Methods, Journal of Materials and Environmental Sciences, **9**(1), pp.155–160, 2018.
- [9] Rusianto, T., Wildan, M. W., Abraha, K., and Kusmono, K., Iron Sand as Renewable Resource for Production Magnetic Nano Particles Materials, Engineering International Conference 2013 Proceeding, 2013.
- [10] Partikelmagnetit, S. I. N., Dan, M., Dari, H., and Lokal, B., Sintesis nano partikel magnetit, maghemit dan hematit dari bahan lokal, Indonesian Journal of Materials Science, pp.106–108, 2007.
- [11] Giri, S. K., Das, N. N., and Pradhan, G. C., Physicochemical and Engineering Aspects Synthesis and characterization of magnetite nanoparticles using waste iron ore tailings for adsorptive removal of dyes from aqueous solution, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, **389**(1–3), pp.43–49, 2011.
- [12] Wu, S., Sun, A., Zhai, F., Wang, J., Xu, W., Zhang, Q., and Volinsky, A. A.,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  magnetic nanoparticles synthesis from tailings by ultrasonic chemical, Materials Letters, **65**(12), pp.1882–1884, 2011.
- [13] Mahmuda, D., Sakinah, N., and Suharyadi, E., Adsorpsi Logam Tembaga (Cu), Mangan (Mn) dan Nikel (Ni) dalam Artificial Limbah Cair dengan Menggunakan Nanopartikel Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), Journal of Applied Physics, **4**(2), pp.126–133, 2014.

- [14] Sartika, D., Sifat Magnetik Adsorben Nanopartikan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  Terhadap Adsorpsi Logam Berat (Co dan Fe) Dalam Larutan, *Jurnal Pembelajaran Fisika*, 4(5), pp.631-641, 2016.
- [15] Lanoş, R., Păcurariu, C., and Mihoc, G., Magnetite/carbon nanocomposites prepared by an innovative combustion synthesis technique - Excellent adsorbent materials, *Ceramics International*, 40(8 PART B), pp.13649–13657, 2014.
- [16] Jin, Z., Dong, Y., Dong, N., Yang, Z., Wang, Q., Lei, Z., and Su, B., One-step synthesis of magnetic nanocomposite  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{C}$  based on the waste chicken feathers by a green solvothermal method, *Materials Letters*, 186(October 2016), pp.322–325, 2017.
- [17] Mamani, J. B., Gamarra, L. F., and Brito, G. E. de S., Synthesis and characterization of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanoparticles with perspectives in biomedical applications, *Materials Research*, 17(3), pp.542–549, 2014.
- [18] Alegret, N., Criado, A., and Prato, M., Recent Advances of Graphene-based Hybrids with Nanoparticles for Biomedical Applications, *Current Medicinal Chemistry*, 24(5), pp.529–536, 2017.
- [19] Trisnawati, L. P., Nandang, Mufti, and Zulaikah, S., Synthesizing and Characterising Carbon Encapsulated Nano Particle  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  by Using Hydrothermal Method as Textile Dye Waste Absorber Rodhamin B, 2, 2013.
- [20] Zhang, Z. and Kong, J., Novel Magnetic  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{C}$  Nanoparticles as Adsorbents for Removal of Organic Dyes from Aqueous Solution, *Journal of Hazardous Materials*, (193), pp.325–329, 2011.
- [21] Liu, J., Dong, S., He, Q., Yang, S., Xie, M., and Deng, P., Biomolecules Facile Preparation of  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{C}$  Nanocomposite and Its Application for Cost-Effective and Sensitive Detection of Tryptophan, *Biomolecules*, 9(6), pp.245, 2019.
- [22] Ariyani, A., Pembuatan Komposit Magnet Oksida Besi-Karbon Aktif Sebagai Adsorben Cs Dan Sr, Institut Pertanian Bogor, 2011, 2011.
- [23] Shi, D., Yang, H., Ji, S., Jiang, S., Liu, X., and Zhang, D., Preparation and characterization of core-shell structure  $\text{Fe}_3\text{O}_4 @ \text{C}$  magnetic nanoparticles, *Procedia Engineering*, 102, pp.1555–1562, 2015.
- [24] Zysk, A. M., Marks, D. L., Liu, D. Y., and Boppart, S. A., Needle-Based Reflection Refractometry Of Scattering Samples Using Coherence-Gated Detection, *Optics Express*, 15(8), pp.4787–4794, 2007.
- [25] Ríos-hurtado, J. C., Múzquiz-ramos, E. M., Zugasti-cruz, A., Cortés-hernández, D. A., Químicas, F. D. C., and Coahuila, U. A. De, Mechano-synthesis as a Simple Method to Obtain a Magnetic Composite (Activated Carbon/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) for Hyperthermia Treatment, *Journal of Biomaterials and Nanobio-technology*, 7(1), pp.19–28, 2016.
- [26] Amighian, J., Mozaffari, M., and Nasr, B., Preparation of Nano-Sized Manganese Ferrite ( $\text{MnFe}_2\text{O}_4$ ) Via Coprecipitation Method Preparation of nano-sized manganese ferrite ( $\text{MnFe}_2\text{O}_4$ ) via coprecipitation method, *Physica Status Solidi C*, 3(9), 2006.
- [27] Peternele, W. S., Fuentes, V. M., Fascineli, M. L., Rodrigues, J., Silva, R. C., Lucci, C. M., and Azevedo, R. B. De, Experimental Investigation of the Coprecipitation Method : An Approach to Obtain Magnetite and Maghemite Nanoparticles with Improved Properties, *Journal of Nanomaterials*, 2014(1), pp.1–11, 2014.
- [28] Lopez, J. A., González, F., Bonilla, F. A., Zambrano, G., and Gómez, M. E., Synthesis and characterization of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  magnetic nanofluid magnetic nanofluid, *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, 30(60), pp.60–66, 2010.
- [29] Zhou, G., Xu, S., Li, W., and Zhang, D., Research on the Preparation and Characterization of Magnetic Nanoparticles (MNPs) By Chemical Co-precipitation(Icimm), pp.175–180, 2016.
- [30] Sholihah, L. K., Sintesis Dan Karakteristik Partikel Nano  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  Yang Berasal Dari Pasir Besi Dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  Bahan Komersial (Aldrich), Institut Teknologi Sepuluh Nopember, 2010.
- [31] Pu, Y., Tao, X., Zeng, X., Le, Y., and Chen, J., Journal of Magnetism and Magnetic Materials Synthesis of Co – Cu – Zn doped  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanoparticles with tunable morphology and magnetic properties, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 322(14), pp.1985–1990, 2010.
- [32] Method, H., Preparation and characterization of magnetic nanoparticles coated with polyethylene glycol Preparation and characterization of magnetic nanoparticles coated with polyethylene glycol, pp.4–8, 2009.
- [33] Husain, S., Suarso, E., Maddu, A., and Sugianto, Karakterisasi Kandungan Bijih Besi Alam Sebagai Bahan Baku Magnetit Nanopartikel, 2016.
- [34] Rahman, T., Fadhlulloh, M. A., Nandiyanto, A. B. D., and Mudzakir, A., Review: Sintesis Karbon Nanopartikel, *Integrasi Proses*, 5(2), pp.61–74, 2015.



- 
- [35] Astuti and Hasanah, A. P. I., Pengaruh Waktu Pemanasan Terhadap Sintesis Nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , *Jurnal Ilmu Fisika*, **4**(1), pp.20–25, 2012.
- [36] Wang, Q., Li, H., Chen, L., and Huang, X., Monodispersed hard carbon spherules with uniform nanopores, **39**(February), pp.2211–2214, 2001.
- [37] Nuzully, S., Kato, T., and Iwata, S., Pengaruh Konsentrasi Polyethylene glycol (PEG) pada Sifat Kemagnetan Nanopartikel Magnetik PEG-Coated  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , **XVII**, pp.35–40, 2013.
- [38] Dachriyanus, P. D., Analisis Struktur Senyawa Organik Secara Spektroskopi, LPTIK Universitas Andalas, 2004.
- [39] Yu, L., Wu, H., Wu, B., Wang, Z., Cao, H., Fu, C., and Jia, N., Magnetic  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -Reduced Graphene Oxide Nano-composites-Based Electrochemical Biosensing, *Nano-Micro*, **6**, pp.258–267, 2014.
- [40] Simamora, P. and Krisna In Sintesis dan Karakterisasi Sifat Magnetik Nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  – Montmorilonit Berdasarkan Variasi Suhu, 2015.
- [41] Liu, Y., Li, Y., Jiang, K., Tong, G., Lv, T., and Wu, W., Controllable synthesis of elliptical  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ @C and  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Fe}@C$  nanorings for plasmon resonance-enhanced microwave absorption, *Journal of Materials Chemistry C*, **4**(30), pp.7316–7323, 2016.
- [42] Mendes, R., Koch, B., Bachmatiuk, A., El-Gendy, A., Krupskaya, Y., Springer, A., Klingeler, R., Schmidt, O., Buchner, B., Sanchez, S., and Rummeli, M., Synthesis and Toxicity Characterization of Carbon Coated Iron Oxide Nanoparticles with Highly Defined Size Distributions, *Biochimica et Biophysica Acta*, **1840**, pp.160–169, 2014.
- [43] Cornel, R. M. and Schwertmann, U., *The Iron Oxides: Structures, Properties, Reactions, Occurrences and Uses*, 1996.
- [44] Lakay, E. M., *Superparamagnetic Iron-Oxide Based Nanoparticles for the Separation and Recovery of Precious Metals from Solution*. University of Stellenbosch. 2009, 2009.
- [45] Irfansyah, M., *Sintesis Dan Karakterisasi Elektrokimia Nanopartikel Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) Dari Bijih Besi*. Universitas Lambung Mangkurat. 2018.